

ПУБЛИКАЦИИ ПО АНАЛИТИКЕ В ЖУРНАЛЕ "ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ" (№ 9-12 за 1999 год)

Ю.М.Полежаев

Уральский государственный технический университет
620002, Екатеринбург, Мира, 19

В указанных номерах журнала "Заводская лаборатория" по аналитике опубликовано 32 статьи, распределение их по методам анализа приведено ниже.

1. ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

1.1. Титриметрический анализ

Определение фторид-ионов методом ториметрического титрования с фотометрической индикацией точки эквивалентности. В.В.Шаповалов. № 10. С.22-23.

Разработан метод ториметрического титрования фторид-ионов с использованием титриметрической установки Т-108, позволяющей легко определять точку эквивалентности.

2. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

2.1. Вольтамперометрический анализ

Современные полярографы (обзор) Г.К.Будников, В.Е.Казаков. № 11. С.3-12.

Приведены сравнительные характеристики современных полярографов (вольтамперографов), выпускаемых как известными фирмами-производителями аппаратуры для электрохимических исследований, так и относительно молодыми компаниями. Дана общая оценка современного состояния рынка этих аналитических приборов и тенденций развития производственных технологий в ближайшем будущем.

Проблемы стандартизации аттестованных вольтамперометрических методик количе-

Полежаев Юрий Михайлович - заведующий кафедрой аналитической химии Уральского государственного технического университета, доктор химических наук, профессор.

Область научных интересов: химия, технология и анализ веществ и материалов на основе редких металлов.

Автор свыше 400 научных и методических публикаций, в том числе 48 авторских свидетельств.

ственного химического анализа. Н.П.Пикула, Г.Б.Слепченко, Н.М.Мордвинова. № 12. С.53-54.

Указаны проблемы, возникающие на стадии стандартизации методик количественного химического анализа (КХА): отсутствие

единого реестра методик КХА, длительность процедуры стандартизации на уровне ГОСТа, необходимость решения вопроса об изложении раздела по контролю точности результатов анализа.

2.2. Спектрофотометрический анализ

Новый реагент для фотометрического определения железа (III) в медных сплавах. Ф.М.Чырагов. №9. С.25-26.

Предложен новый органический реагент для фотометрического определения Fe (III) в медных сплавах, образующий с ионами Fe (III) два комплекса: первый – при pH 2; $\lambda_{\text{max}} = 490$ нм, второй – при pH 6.0; $\lambda_{\text{max}} = 400$ нм. Изучена избирательность реакции. Разработанная методика позволяет определять микроколичества железа в медных сплавах непосредственно в аликвоте без предварительного отделения основы.

Определение урана (VI) и тория (IV) в природных и сточных водах после предварительного концентрирования полимерными хелатными сорбентами. Н.Н.Басаргин, О.В.Кичигин, В.Д. Салихов, Ю.Г. Розовский. № 10. С.17-19.

Разработан новый сорбционно-спектрофотометрический метод определения U (VI) и Th (IV) в природных и сточных водах после их предварительного концентрирования полимерным хелат-

ным сорбентом – поли[4-[1-азо-3-арсоно-4-(N,N-дикарбоксиметил)аминофенил]стиролом].

Фотометрическое определение моноэтаноламина в скользящих добавках к полиэтиленовой пленке. О.Н.Кадкин, И.И.Евгеньева, В.Ю.Маврин, М.И.Евгеньев. № 10. С. 19-21.

Описана методика определения моноэтаноламина (МЭА) в скользящей добавке (СД) к полиэтиленовой пленке, основанная на осаждении продуктов конденсации натуральных жирных кислот с МЭА (этаноламидов, эфиромидов и эфираминов), проведении реакции образования окрашенного производного МЭА с салициловым альдегидом в фильтрате СД и спектрофотометрическом определении производного при $\lambda = 385$ нм. Предел обнаружения МЭА составляет 1 мг/л.

2.3. Атомно-абсорбционный анализ

Атомно-абсорбционное определение ртути в сточной и водопроводной воде с электротермической атомизацией пробы. Н.И.Петрова, Т.М.Корда. № 9. С. 19-21.

Показана возможность атомно-абсорбционного определения ртути в воде с электротермической атомизацией пробы. Метод основан на поглощении ртути раствором окислителя и анализе концентрата с использованием графитовой чашки. Разработана методика атомно-абсорбционного определения ртути в сточной и водопроводной воде с нижней границей определяемых содержаний 0,05 мкг/л.

Атомно-абсорбционное определение примесей в металлической ртути. Г.Ф.Телегин, Н.Н.Шилкина, С.С.Гражулене. № 9. С. 22-24.

Описана методика атомно-абсорбционного определения 17 микропримесей в металлической ртути высокой чистоты с пределами обнаружения $10^{-6} - 10^{-7}$ % масс., основанная на их предварительном концентрировании в растворе при восстановлении ионов ртути до элементного состояния муравьиной кислотой и отделении ее от концентрата. Правильность методики проверена методом "введено-найдено". Относительное стандартное отклонение составляет 0,03-0,07.

Исследование возможности идентификации источника нефтяных загрязнений с помощью атомно-абсорбционной спектроскопии. О.Ю.Бегак, А.В.Бородин, В.А.Долингер, О.Ю.Прядко, В.С.Кирияков. № 12. С. 11-19.

На основе экспериментальных данных продемонстрирована возможность идентификации источника нефтяных загрязнений по содержанию в нефтях металлических примесей, определяемых с помощью электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии. Для определения

источника нефтяного загрязнения предложено использовать отношения содержания V, Ni и Cr в нефти. Показано, что на возможность идентификации не будет оказывать влияние трансформация углеводородов нефти во времени, связанная с изменением вещественного состава под влиянием солнечной радиации, ветра и температуры. Правильность результатов атомно-абсорбционного определения металлов в нефтях подтверждена данными, полученными с помощью масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой.

Погрешность измерений аналитического сигнала в методиках атомно-абсорбционного анализа с электротермической атомизацией и зеемановской коррекцией фона. О.Ю.Бегак, А.В.Бородин. № 12. С. 56-57.

Разработана математическая модель источников инструментальной погрешности, которая позволяет по одному измерению аналитического сигнала оценить сходимость измерений во всем диапазоне измерений и пределы обнаружения с учетом реальных экспериментальных условий, включая неселективное поглощение, при анализе проб со сложным матричным составом.

2.4. Каталитический анализ

Автоматическое определение аммиака в газовых средах термодиффузионным методом. Т.К.Хамракулов, Е.Ю.Демичук. № 10. С. 23-25.

Для автоматического непрерывного определения аммиака в отходящих и технологических газах, образующихся при производстве азотной кислоты, а также в помещениях животноводческих комплексов, предложено использовать миниатюрный термодиффузионный сенсор. Селективность определения NH_3 в присутствии H_2 , H_2S , CH_4 достигается за счет дифференциальной схемы измерения, основанной на использовании двух сенсоров (измерительного и сравнительного) с различными по активности термочувствительными элементами. На основании расчетных данных энергии активации и по степени превращения NH_3 , H_2 , CH_4 и CO выбраны катализаторы в качестве термочувствительного слоя сенсора для селективного определения аммиака. Разработанный термодиффузионный сенсор может быть использован для решения задач в области экологического контроля.

Термодиффузионный сенсор для селективного определения аммиака в газовых средах. Е.Ю.Демичук, Т.К.Хамракулов. № 11. С. 12-14.

Разработан селективный термодиффузионный сенсор для автоматического определения аммиака. Селективность определения обеспечи-

вается за счет использования катализаторов на основе оксидов переходных металлов, обладающих различной активностью к компонентам газовой смеси. Сенсор позволяет определять аммиак в газовых средах в широком диапазоне концентраций и температур с погрешностью, не превышающей 4,6 %.

Проточно-инжекционный анализ с использованием каталитических реакций в экоаналитическом мониторинге. И.М.Фицев, Г.К.Будников. № 12. С.3-15.

Рассмотрены современное состояние и перспективы проточно-инжекционного анализа (ПИА) объектов экоаналитического мониторинга (природные и сточные воды, атмосферный воздух, осадки, почвы и прочее) на основе использования каталитических реакций, в том числе каталитических полярографических токов. Приведены примеры каталитического действия Cu(II), Mn(II), Co(II), Hg(II), Fe(II, III), Se(IV), V(IV,V), Mo(VI), Cr(III, VI), а также иодид-, бромид-, фторид-, хлорид- и карбонат-ионов в окислительно-восстановительных реакциях и их применение в ПИА. Показано, что для повышения чувствительности и селективности каталитических индикаторных реакций большое значение имеют различные активаторы: цитрат-, тартрат-ионы, дипиридил, тайрон и др.

2.5. Прочие методы анализа

Определение нефтепродуктов в объектах окружающей среды (обзор) С.И.Петров, Т.Н.Тюлягина, П.А.Василенко. № 9. С.3-19.

Дан обзор методик определения нефтепродуктов в воде, воздухе, почве на основе спектральных, хроматографических, люминесцентных и других физико-химических методов анализа. Рассмотрены вопросы пробоотбора, концентрирования и разделения нефтепродуктов с помощью жидкостной или твердофазной экстракции либо сорбции. Проведен анализ различных стандартов и других нормативных документов, действующих на территории России и европейских стран. Приведены сведения о приборах дистанционного мониторинга на основе лазерного газоанализа, оптической спектроскопии, тепловой съемки, СВЧ-радиометрии и других методов.

Опыт использования анализатора RC-412 фирмы "ЛЕКО" для определения чистоты поверхности холоднокатаного металла. Л.Э.Ким, Л.Г.Сыч, Т.А.Пальчун, Г.Н.Гостяева. № 11. С.65-67.

Описан опыт использования анализатора RC-412 фирмы "ЛЕКО" для определения чистоты поверхности холоднокатаного металла. Выбраны условия нагрева и программы контроля печи при-

бора для определения общего и отдельного органического и неорганического углерода на поверхности металла.

3. ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Атомно-эмиссионный анализ

Многоэлементные твердотельные детекторы и их использование в атомно-эмиссионном спектральном анализе (обзор) И.Р.Шелпакова, В.Г.Гаранин, В.А.Лабусов. № 10. С.3-16.

Рассмотрены типы многоэлементных твердотельных детекторов и приборы, использующие эти детекторы для регистрации атомно-эмиссионных спектров. Показаны возможности нового класса детекторов при извлечении информации, заложенной в спектрах, для качественного и количественного эмиссионного спектрального анализа..

Анализ высоколегированных сталей на вакуумных эмиссионных системах "Кванто-вак 31000 Ret." Е.А.Сенина. № 11. С.62-64.

Описан опыт применения квантометров "Квантовак 31000 Ret" для анализа высоколегированных сталей. Полученные метрологические показатели разработанных методик анализа марганцовистой и хромистой сталей удовлетворяют критериям сходимости, воспроизводимости и точности.

Модернизация эмиссионных спектрометров фирмы BAIRD с целью улучшения основных параметров анализа и продления срока службы приборов Е.А. Сенина, Т.А. Пальчун, Г.К. Крючкова. № 11. С.68-69.

Описан опыт проведения модернизации эмиссионных спектрометров фирмы BAIRD с целью продления срока службы приборов, а также повышения точности и воспроизводимости анализа.

3.2. Рентгенофлуоресцентный анализ

Контроль химического состава флюорита в производстве шлакообразующих смесей. Л.В.Михайлова, Г.К.Крючкова. № 11. С.64-65.

Разработана методика рентгеноспектрального экспресс-анализа флюорита, применяемого в качестве исходного компонента при шихтовке в технологии изготовления шлакообразующих смесей. Проведена оценка погрешностей пробоподготовки и воспроизводимости результатов анализа при разном процентном соотношении определяемых компонентов флюорита.

Применение рентгеновского спектрометра СРМ-25 для анализа валкового чугуна. Л.Ф.Михайлова, Т.М.Арапова. № 11. С.67-68.

Описан опыт применения отечественного рент-

геновского спектрометра СРМ-25 для анализа валкового чугуна. Методика анализа внедрена в экспресс-лаборатории чугуна и стали для контроля технологии производства валков.

Аттестация методик рентгенофлуоресцентного анализа. Я.В.Осипова. № 12. С.54-55.

На основании большого объема экспериментальных данных, относящихся к модельным и реальным объектам, получены надежные статистические оценки случайных погрешностей измерения аналитических сигналов рентгенофлуоресцентных приборов, а также показателей сходимости и внутрилабораторной воспроизводимости анализов.

Межлабораторный эксперимент по аттестации методики рентгенофлуоресцентного определения тяжелых металлов в почвах. А.В.Пуховский, Ю.В.Пермяков. № 12. С.55-56.

В результате межлабораторного эксперимента стандарт на рентгенофлуоресцентное определение тяжелых металлов в почвах прошел производственную апробацию, на основании которой подготовлена его уточненная редакция.

4. АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ

Химико-аналитический контроль на Магнитогорском металлургическом комбинате. Т.А.Пальчун. №11. С.61-62.

Дана информация о состоянии и перспективах развития службы аналитического контроля ОАО "Магнитогорский металлургический комбинат", которой в декабре 1999 г. исполнилось 70 лет.

5. МЕТРОЛОГИЯ, СТАНДАРТИЗАЦИЯ И СЕРТИФИКАЦИЯ В АНАЛИЗЕ

Опыт проведения межлабораторных сравнительных испытаний качества питьевой и сточных вод в Санкт-Петербурге. С.А.Виноградов, Г.Ф.Глушеникова, С.Г.Гумен. № 10. С.60-64.

Представлен опыт ГУП "Центр исследования и контроля воды (ЦИКВ) в проведении сравнительных испытаний (МСИ) между лабораториями ГУП "Водоканал Санкт-Петербурга" и ЦИКВ. Сравнение показателей точности и воспроизводимости результатов измерений различных лабораторий проводят по диаграмме отклонений в долях норматива оперативного контроля точности и воспроизводимости. Предложены процедуры статистической обработки результатов и уровни оценки прохождения лабораториями МСИ.

Роль испытательных лабораторий в сертификации и повышении конкурентоспособности металлопродукции. В.Г.Гешелин, А.Ф.Осипов. № 10. С.65-67.

Показана роль испытательной лаборатории в решении проблемы повышения конкурентоспособности продукции путем ее сертификации. Описаны прогрессивные показатели качества и методы испытаний, позволившие объективно оценивать потребительские свойства тонколистового проката и ряда других распространенных видов металлопродукции, придать за счет новых характеристик элементы новизны традиционным ее видам, превратить ее из продукта производства предприятия в товар.

Метрологические особенности количественного химического анализа. Е.В.Маркова, Ю.В.Грановский. № 12. С.48.

Рассмотрены особенности количественного химического анализа, позволяющие выдвинуть ряд метрологических рекомендаций. Отмечено 8 особенностей, на основании которых авторы видят дальнейший прогресс метрологии анализа вещества в синтезе концепции неопределенности с математической теорией эксперимента и многофакторным дисперсионным анализом.

Единство измерений и количественный химический анализ. В.И.Калмановский. № 12. С.49-50.

Автор обосновывает целесообразность разработки самостоятельного государственного стандарта ГСИ "Методики выполнения количественного химического анализа", узаконив в нем ряд допускаемых и обязательных положений (автор выделил 6 таких положений).

Опыт метрологической экспертизы методик количественного химического анализа. Г.Р.Нежиховский. № 12. С.50-51.

Описан принятый во ВНИИМ порядок проведения экспертизы методик количественного химического анализа (МКХА). На основании накопленного опыта сделан вывод о том, что ряд типичных недостатков МКХА (автор отмечает их) обусловлен причинами методологического характера.

Метрологическая экспертиза методик количественного химического анализа. Опыт проведения и проблемы. Ю.М.Абраменко, Н.Н.Здоровиков, О.В.Карпов, С.Д.Успенский. №12. С.51.

На основании опыта метрологической экспертизы указаны отрицательные тенденции в представляемых методиках количественного химического анализа: попытки подмены погрешности методики погрешностью средства измерения, стремление охватить максимально большой диапазон содержаний определяемого компонента и одной методикой охватить как можно больше объектов.

Особенности разработки и метрологичес-

кой аттестации аналитических методик, А.А.Бегунов, А.П.Пацовский. № 12. С.52-53.

Предлагается методики выполнения измерений (МВИ) подразделять на прямые и косвенные – по способу получения результата измерения; типовые и частные – по характеру использования; производственные, исследовательские, арбитражные и метрологические – по назначению и уровню точности. Во всех этих вариантах различна и методология метрологической аттестации. Перечислены положения, из которых следует исходить при проведении аттестации МВИ. В зависимости от состояния образца авторы выделяют пять ситуаций, которые следует учитывать при определении погрешности МВИ.

Методики приготовления смесей для градуировки анализаторов как разновидность

методик выполнения измерений, А.В.Мальгин. № 12. С.57-58.

Предлагается рассматривать методики приготовления смесей как специфические методики выполнения измерений, если измерения составляют преобладающую часть методики, а результат имеет важное метрологическое значение. Это придает метрологический статус методикам приготовления смесей (растворов) и способствует большей достоверности информации об их составе.

Идентификация органических соединений в методиках выполнения измерений, Б.Л.Мильман, Л.А.Конопелько. № 12. С.58-59.

Авторы указывают подходы к стандартизации качественного химического анализа (идентификации) органических соединений.

* * * * *

ВЕСЫ

Весы электронные "SARTORIUS", Германия, BA 110 S.

Максимальная нагрузка 110 г; дискретность 0,1 мг; размеры: 197 мм (ширина) x 300 мм (высота) x 254 мм (глубина). Поверены до 05.07.2000 г.

Аналитические весы типа WA-21, Польша.

Максимальная нагрузка 200 г; цена деления 0,2 мг; точность отсчета 0,1 мг; пределы шкалы (в мг) -10 ÷ +10; год выпуска - 1973. Весы комплектны, в рабочем состоянии.

Обращаться:

г.Екатеринбург, Центр государственного санэпиднадзора Свердловской Железной дороги (ЦГСЭН), сан.-гиг. лаборатория, зав. Кропанев А.Ю., тел. 58-42-79.